

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-065752

(43)Date of publication of application : 16.03.2001

(51)Int.CI. F16L 15/04
C23C 18/12

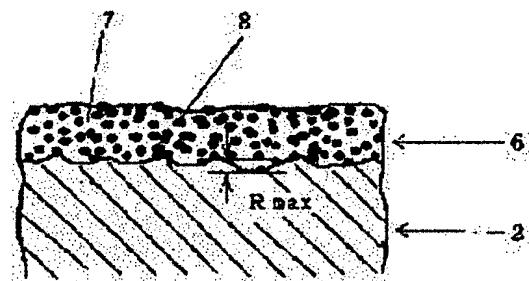
(21)Application number : 11-241890 (71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD

(22)Date of filing : 27.08.1999 (72)Inventor : YAMAMOTO HIDEO
NAKASUJI KAZUYUKI(54) SCREW JOINT FOR OIL WELL PIPE AND LUBRICATION FILM FORMING METHOD
THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve an anti-galling characteristic under a high temperature environment by forming a lubrication film of inorganic polymer compound having Ti-O obtained through dispersion mixing-in of molybdenum disulfide and/or graphite as a base on at least one of nonthreaded metal contact parts of a box and a pin.

SOLUTION: A screw joint for oil well pipes to be used in taking crude oil under a high temperature environment in the case of high depth, high temperature or steam injection type oil well or the like is constructed of a pin 2 and a box each of which has a threaded part and a nonthreaded metal contact part. On at least any one of nonthreaded metal contact parts of the pin 2 and the box, a lubrication film 6 made of inorganic polymer compound 7 having Ti-O obtained through dispersion mixing-in of solid lubricant 8 as a base is formed. As the lubricant 8, only molybdenum disulfide or graphite is used, or both of them are used in a mixed condition. The surface roughness of a portion forming the film 6 is preferably 3-15 μm at Rmax.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 03.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-65752

(P2001-65752A)

(43)公開日 平成13年3月16日 (2001.3.16)

(51)Int.Cl.⁷

F 16 L 15/04
C 23 C 18/12

識別記号

F I

F 16 L 15/04
C 23 C 18/12

テ-マ-ト*(参考)

A 3 H 0 1 3
4 K 0 2 2

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21)出願番号 特願平11-241890

(22)出願日 平成11年8月27日 (1999.8.27)

(71)出願人 000002118

住友金属工業株式会社
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72)発明者 山本 秀男

大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

(72)発明者 中筋 和行

大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

(74)代理人 100081352

弁理士 広瀬 章一

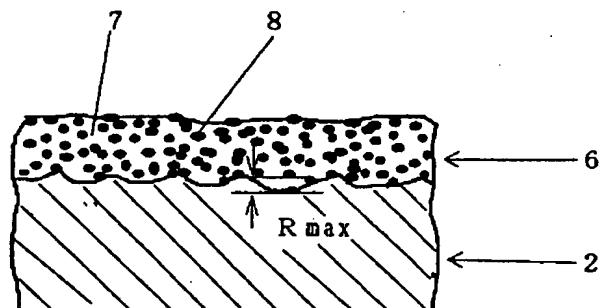
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 油井管用ねじ継手およびその潤滑被膜形成方法

(57)【要約】

【課題】 高深度、高温油井、あるいは蒸気注入油井等の高温環境下の原油採掘において繰り返しの締め、緩め戻しに対してゴーリングの発生を抑制し、気密性に優れた油井管用ねじ継手とその潤滑被膜形成方法を提供する。

【解決手段】 ボックスとピンの少なくともいずれか一方の金属接触部に、Ti-Oを骨格とする無機高分子化合物と二硫化モリブデンおよび/または黒鉛とを分散混合した潤滑被膜を形成する。無機高分子化合物の含有量(A)と、二硫化モリブデンと黒鉛の合計の含有量(B)との重量比(B/A)は0.3~9.0が望ましい。



【特許請求の範囲】

【請求項1】ねじ部とねじ無し金属接触部とをそれぞれ有するピンとボックスとから構成されるねじ緞手において、ボックスとピンの少なくともいずれか一方のねじ無し金属接触部に、二硫化モリブデンおよび／または黒鉛を分散混合したTi-Oを骨格とする無機高分子化合物の潤滑被膜を形成したことを特徴とする油井管用ねじ緞手。

【請求項2】上記無機高分子化合物の含有量(A)と、二硫化モリブデンと黒鉛の合計の含有量(B)との重量比(B/A)が0.3～9.0であることを特徴とする請求項1に記載の油井管用ねじ緞手。

【請求項3】上記潤滑被膜を形成する部位の表面粗さがR_{max}で3～15μmであることを特徴とする請求項1または2に記載の油井管用ねじ緞手。

【請求項4】上記潤滑被膜の膜厚が5～30μmであることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の油井管用ねじ緞手。

【請求項5】ねじ部とねじ無し金属接触部とをそれぞれ有するピンとボックスとから構成されるねじ緞手のボックスとピンの少なくともいずれか一方のねじ無し金属接触部に、チタンアルコキシド(Ti(OR)₄、R:アルキル基)と二硫化モリブデンおよび／または黒鉛とを混合して塗布し、加湿処理を施して共加水分解させて、Ti-Oを骨格とする無機高分子化合物の潤滑被膜を形成することを特徴とする油井管用ねじ緞手の潤滑被膜形成方法。

【請求項6】上記潤滑被膜を形成するに際し、予め潤滑被膜を形成する部位にプラスティング加工を施し、該部位の表面粗さをR_{max}で3～15μmにすることを特徴とする請求項5に記載の油井管用ねじ緞手の潤滑被膜形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐焼付き性に優れた油井管用ねじ緞手に関し、更に詳しくは高深度、高温油井あるいは蒸気注入油井等の高温環境下の原油採掘において繰り返しの締め付け・緩め戻しを行っても焼き付くことなく、かつ気密性が保たれ、繰り返し使用できる油井管用ねじ緞手とその潤滑被膜形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】通常、油井の深さは2000m～3000mであるが、近年の海洋油田などの深油井では8000m～10000mにも達する。このような油井に豊て込まれるチューピングやケーシングなどの油井管の連結には、一般的にねじ緞手が用いられる。すなわち、油井管外面に形成した雄ねじとねじ緞手内面に形成した雌ねじをはめ合わせ、締め付けることにより連結がおこなわれる。

【0003】ねじ緞手には使用環境下で軸方向の引張力

や内外面圧力などの複合した圧力や熱が作用するため、このような環境下においてもねじ緞手の気密性が維持されること、ねじ緞手が破損しないことが要求される。一方、チューピングやケーシングの降下作業時には、一度締め込んだ緞手を緩め、再度締め直すことがあり、API(米国石油協会)ではチューピングで10回、ケーシングで3回の締め付け(マイクアップ)一締め戻し(ブレークアウト)を行ってもゴーリングと呼ばれる焼き付きの発生がなく、気密性が維持されることが要求されている。ゴーリングが発生すると、気密性が不完全となり、繰り返し使用回数が低下する。

【0004】ところで、ねじ緞手としては、通常、油井管の端部に形成した雄ねじの先端にねじ無し金属接触部を形成し、これと、ねじ緞手の内面の雌ねじの基部に形成したねじ無し金属接触部とをはめ合わせ、締め付けることによりねじ無し金属接触部同士を当接してメタルシール部を形成した構造のねじ緞手が使用される。しかし、メタルシール部およびねじ部には高面圧が作用するため、特に、高温条件下ではゴーリングが発生しやすく、APIの規格には、緞手締結後に177°C×24Hrの耐熱試験を実施した後、締め戻し一再度締め付けを行っても気密性が保たれていることが要求されている。

【0005】そこで、上記要求に応じるため、従来より種々の対策案が提示されている。例えば、特開平5-17870公報にはねじ緞手の表面に平均粗さ20～60μmの凹凸加工を施した後、磷酸塩系の化成処理被膜を形成する方法が、また、特開平6-10154公報にはメタルシール部の表面最大粗さと表面処理被膜層の厚さを規定して表面処理する方法が、特開平5-149485公報にはピンまたはボックス表面に分散めっき層を形成したねじ緞手が、特開平2-885593公報には表面粗さを20～50μmにしたメタルシール部にセラミックス塗装を施す方法が、特開平8-233164公報や特開平9-72467公報にはボックスまたはピンの接触表面に二硫化モリブデン粉末を分散混合した樹脂被膜を形成したねじ緞手が、それぞれ提示されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】近年、従来より高温の250～300°Cの使用環境下で用いる高温油井用や、原油回収効率を高めるため、臨界温度にも達する高温蒸気(350°C)を注入する蒸気注入油井用の耐熱性緞手が要求されている。したがって、ねじ緞手には、緞手締結後に350°Cを越す温度で耐熱試験を実施した後、締め戻し一再締結の処理を行っても気密性が保持される性能が要求される。

【0007】しかしながら、上記公報などに開示された従来の技術では、上記性能を確保することが難しい。即ち、ねじ緞手を締結する際に、APIの規格BUL5A2に規定されるようなコンパウンドグリスを使用する場合は、高温のためグリス成分が蒸発して潤滑性が低下す

るため、締め戻し時後の再締め付け時に所定の気密性が得られないという問題がある。従って、コンパウンドグリス塗布を念頭に置いた特開平5-117870公報、特開平6-10154公報、特開平5-149485公報および特開平2-885593公報などに開示された技術では高温時の気密性の確保に問題がある。

【0008】また、コンパウンドグリスを使用しないことを特徴とする特開平8-233164公報や特開平9-72467公報に開示された技術では、400°Cにも達する高温に長時間曝されると樹脂が変質するため、二硫化モリブデンなどの固体潤滑剤を保持するバインダー機能が喪失し、潤滑性が維持できなくなり、締付け不良や焼付きが発生し、更には気密性が悪化するという問題がある。

【0009】以上のように、400°Cにも達する高温環境下で繰り返し使用できる耐ゴーリング性に優れたねじ締手は得られていないのが現状である。

【0010】本発明の課題は、耐ゴーリング性に優れた油井管用ねじ締手を提供することにある。更に詳しくは高深度、高温油井、あるいは蒸気注入油井等の高温環境下の原油採掘において繰り返しの締め付け・緩め戻しに対してゴーリングの発生を抑制し、気密性に優れた油井管用ねじ締手とその潤滑被膜形成方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決するため、高温環境下における耐ゴーリング性に優れた潤滑被膜の形成に注視し、潤滑被膜を構成する固体潤滑剤とバインダー（結合剤）の耐熱性、潤滑性ならびに被膜処理性などに関して基礎的検討を行い、以下の知見を得た。

【0012】（イ）二硫化モリブデンや黒鉛等の固体潤滑剤は400°C程度の温度でも熱による変質・分解もなく、常温と変わらない良好な潤滑性を示す。

【0013】（ロ）固体潤滑剤のバインダーとして樹脂を用いると、24Hrを越える長時間の高温環境下では変質、分解、あるいは炭化が進み、固体潤滑剤を締手表面に被覆するバインダーとしての機能が失われ、潤滑性が低下する。

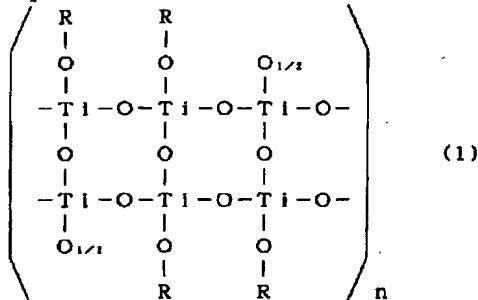
【0014】（ハ）Si、Ti、Al等の酸化物、炭化物、窒化物等の無機化合物は、熱的に安定しているが、固体潤滑剤を被覆するバインダーとしての機能が全くなき。従って、被膜形成ができないため、固体潤滑剤を混合しても潤滑性が低い。

【0015】（ニ）チタンアルコキシド（Ti（OR）₄、R=アルキル基）はアルキル基を有するため、有機物的な特性を示し、バインダーとしての機能がある。この物質は大気中では不安定で、水分を吸収して共加水分解が起こり、分解物はお互いに結合して網目構造を有したTi-Oを骨格とし熱的に安定な無機高分子化合物に

変化する。（1）式に代表的な無機高分子化合物の分子構造式を例示する。

【0016】

【化1】



【0017】（ホ）上記無機高分子化合物は硬質であり耐摩耗性に優れる。

（ヘ）従って、二硫化モリブデンや黒鉛などの固体潤滑剤にバインダーとしてチタンアルコキシドを混合して塗布し、加温処理を施すことにより、二硫化モリブデンや黒鉛を含有し、潤滑性と耐熱性に優れたTi-Oを骨格とする無機高分子化合物の潤滑被膜を形成させることができる。

【0018】以上の基礎検討結果を基に上記潤滑被膜をねじ締手に形成するための適正条件を検討し、以下の知見を得た。

【0019】（ト）ピンあるいはボックスの少なくともいずれか一方のねじ無し金属接触部に上記潤滑被膜を形成することにより焼付きが抑制される。

【0020】（チ）潤滑被膜を構成する固体潤滑剤は、二硫化モリブデンまたは黒鉛の粉末、あるいは二硫化モリブデンと黒鉛の混合粉末で、無機高分子化合物の含有量Aと固体潤滑剤の含有量Bとの重量比（B/A）は0.3~9の範囲とするとよい。

【0021】（リ）潤滑被膜を形成する部位の表面粗さはR_{max}で3~15 μmとし、潤滑被膜の膜厚は5~30 μmとすることにより耐焼付き性が向上する。

【0022】（ヌ）チタンアルコキシドと固体潤滑剤とを混合して塗布した後、加温と加熱の処理を施すことにより共加水分解が促進されるので、潤滑被膜の形成時間が短縮し、かつ加水分解物の揮発・排出が促進されて被膜の密着性が強固となり、耐焼付き性が向上する。

【0023】本発明は、上記の知見に基づき完成されたもので、その要旨は以下の通りである。

（1）ねじ部とねじ無し金属接触部とをそれぞれ有するピンとボックスとから構成されるねじ締手において、ボックスとピンの少なくともいずれか一方のねじ無し金属接触部に、二硫化モリブデンおよび/または黒鉛を分散混合したTi-Oを骨格とする無機高分子化合物の潤滑被膜を形成したことを特徴とする油井管用ねじ締手。

【0024】（2）上記無機高分子化合物の含有量

(A) と、二硫化モリブデンと黒鉛の合計の含有量 (B) との重量比 (B/A) が 0.3 ~ 9.0 であることを特徴とする上記 (1) 項に記載の油井管用ねじ継手。

【0025】(3) 上記潤滑被膜を形成する部位の表面粗さが R_{max} で 3 ~ 15 μm であることを特徴とする上記 (1) 項または (2) 項に記載の油井管用ねじ継手。

【0026】(4) 上記潤滑被膜の膜厚が 5 ~ 30 μm であることを特徴とする上記 (1) 項ないし (3) 項のいずれかに記載の油井管用ねじ継手。

【0027】(5) ねじ部とねじ無し金属接触部とをそれぞれ有するピンとボックスとから構成されるねじ継手のボックスとピンの少なくともいずれか一方のねじ無し金属接触部に、チタンアルコキシド ($Ti(O\cdot R)_4$ 、R: アルキル基) と二硫化モリブデンおよび/または黒鉛とを混合して塗布し、加湿処理を施して共加水分解させて、 $Ti-O$ を骨格とする無機高分子化合物の潤滑被膜を形成することを特徴とする油井管用ねじ継手の潤滑被膜形成方法。

【0028】(6) 上記潤滑被膜を形成するに際し、予め潤滑被膜を形成する部位にプラスティング加工を施し、該部位の表面粗さを R_{max} で 3 ~ 15 μm にすることを特徴とする上記 (5) 項に記載の油井管用ねじ継手の潤滑被膜形成方法。

【0029】

【発明の実施の形態】図 1 は本発明の油井管用ねじ継手の構成を模式的に示す概要図である。符号 1 はボックス、2 はピン、3 はねじ部、4 はねじ無し金属接触部、5 はショルダーパーを示す。

【0030】図 2 は本発明に係る潤滑被膜の形成状況の一例を示すピンのねじ無し金属接触部の断面拡大図である。符号 6 は潤滑被膜、7 は無機高分子化合物、8 は固体潤滑剤で、図 1 と同じ要素は同一の符号で示す。

【0031】図 1 に示すように、本発明の油井管用ねじ継手 (以下、ねじ継手ともいう) は、ねじ継手部材の内面に形成されるねじ部 3 とねじ無し金属接触部 4 からなるボックス 1 と、油井管端部の外面に形成されるねじ部 3 とねじ無し金属接触部 4 からなるピン 2 とで構成される。更に、本発明のねじ継手においては、図 2 に示すように、ピン 2 のねじ無し金属接触部 4 の表面に固体潤滑剤 8 を分散混合した $Ti-O$ を骨格とする無機高分子化合物 7 の潤滑被膜 6 を形成する。上記固体潤滑剤は二硫化モリブデンまたは黒鉛を単独で、あるいは二硫化モリブデンと黒鉛とを混合して用いる。なお、図 2 は、ピン 2 のねじ無し金属接触部 4 に潤滑被膜を形成する場合を示したが、少なくともピンとボックスのいずれか一方のねじ無し金属接触部の表面に形成すればよい。

【0032】ねじ無し金属接触部 (以下、単に金属接触部ともいう) はねじ部に比べ接触面圧が高く過酷な潤滑

状態にあり、また、ねじ継手はピンとボックスとを相互にねじ込んで締結するため、少なくともピンとボックスのいずれかの一方の金属接触部に潤滑被膜を形成することにより耐焼付き性を向上させることができる。なお、材料強度が高く、ねじ部にも高い接触面圧が作用するねじ継手や Cr や Ni 等の合金元素量が多い合金製のねじ継手では、焼付きが発生しやすくなるため、金属接触部に加え更にねじ部にも潤滑被膜を形成することが望ましい。

【0033】二硫化モリブデンおよび黒鉛はいずれも締め付け作業の際の締め付け圧力で薄く伸ばされるため、潤滑被膜の潤滑性を高め、耐焼付き性を向上させる作用がある。なお、二硫化モリブデンは黒鉛に比べ特に高面圧下において潤滑性が高いので、材料強度の高いねじ継手には二硫化モリブデンを単独で用いるのが望ましい。

【0034】 $Ti-O$ を骨格とする無機高分子化合物 (以下、単に無機高分子化合物ともいう) は、前記 (1) 式に示す分子構造を備えており、二硫化モリブデンや黒鉛などの固体潤滑剤のバインダーとしての機能を有し潤滑被膜を形成する。例えば、無機高分子化合物として、(1) 式のアルキル基 (R) がメチル、エチル、イソブロビル、プロビル、イソブチル、ブチルなどのアルキル基を備えたチタン化合物を挙げることができる。

【0035】無機高分子化合物の含有量 (A) と、二硫化モリブデンと黒鉛の合計の含有量 (B) との重量比 (B/A) は 0.3 以上、9.0 以下とするのが望ましい。重量比が 0.3 未満では形成される潤滑被膜の潤滑性向上の効果が少なく、耐焼付き性の改善が不十分であり、また、重量比が 9.0 より大きくなると、潤滑被膜の密着性が低下し、特に潤滑被膜からの固体潤滑剤の剥離が著しいなどの問題が生じる。より好ましくは、重量比は 0.5 以上、7.0 以下であり、更に好ましくは 3.0 以上、6.5 以下である。

【0036】潤滑被膜の厚さは 5 μm 以上、30 μm 以下とすることが望ましい。潤滑被膜の厚さが 5 μm 未満では潤滑性向上の効果が少なく、一方、30 μm より大きくなると潤滑被膜形成の処理コストが嵩むとともに潤滑性向上の効果が飽和するため経済的に不利といった問題や潤滑被膜が剥離しやすくなるといった欠点がある。より好ましくは、潤滑被膜の膜厚は 5 μm 以上、15 μm 以下であり、更に好ましくは 6 μm 以上、10 μm 以下である。

【0037】上記潤滑被膜を形成する部位 (下地) の表面粗さは R_{max} で 3 μm 以上、15 μm 以下であることが望ましい。潤滑被膜を形成する際の下地処理として適正な表面粗さを付与することにより、その上に形成される潤滑被膜を物理的に捕捉するいわゆるアンカー効果が高まり、潤滑被膜の剥離が阻止される。表面粗さが R

R_{max} で $3 \mu m$ 未満ではアンカー効果が小さく潤滑被膜が剥離しやすい。一方、表面粗さが $15 \mu m$ を越えると締め付け・締め戻し時に粗さの凸部に形成された潤滑被膜が破れて焼き付きが発生しやすい。より好ましい表面粗さは $4 \mu m$ 以上、 $10 \mu m$ 以下である。なお、潤滑被膜を形成しない相対する面の表面粗さは潤滑被膜を形成する部位の表面粗さ未満にするのがよい。

【0038】本発明のねじ締手は、従来、メークアップ前に塗布していたコンパウンドグリスなどの潤滑剤を一切使用することなく耐ゴーリング性を著しく改善することができる。

【0039】なお、本発明のねじ締手は、潤滑被膜中に防錆添加剤や腐食防止剤を添加し、耐焼き付き性を維持しながら錆の発生を防止することができる。防錆添加剤や腐食防止剤は公知のものを使用することができる。

【0040】次ぎに、本発明の方法を説明する。本発明の方法は、チタンアルコキシド (Ti (OR)₄、R: アルキル基) と二硫化モリブデン粉末および/または黒鉛粉末とに分散媒を加えて、混合し、これらをピンとボックスの少なくともいずれか一方の金属接触部に塗布し、加湿処理を施して共加水分解させて、Ti-Oを骨格とする無機高分子化合物の潤滑被膜を形成する。

【0041】チタンアルコキシドとしては、アルキル基がメチル、エチル、イソプロピル、プロピル、イソブチル、ブチルなどのアルキル基を備えたチタンアルコキシドを用いることができる。

【0042】チタンアルコキシドと二硫化モリブデン、黒鉛の混合割合は、潤滑被膜を形成した後の乾燥した状態で、無機高分子化合物の含有量 (A) と、二硫化モリブデンと黒鉛の合計の含有量 (B)との重量比が0.3以上9.0以下となるように決定される。

【0043】分散剤としては、キシレン、塩化メチレン、イソプロピルアルコール、イソブチルアルコール、

ブチルアルコールおよびメチルエチルケトンなどの低沸点液を単独あるいは2種類以上組み合わせて用いることができる。

【0044】加湿処理は、大気中に所定時間放置することにより行うことができるが、湿度が70%以上の雰囲気下で行うのが望ましい。更に、加湿処理後に加熱処理を行うことが望ましい。加熱処理により共加水分解が促進され、加水分解物であるアルキル物質の潤滑被膜内からの排出を促進することができ、潤滑被膜の密着性が強固となり、耐焼き付き性が向上する。また、加熱は分散媒が蒸発した後に行うことが好ましい。加熱温度はアルキル物質の沸点に近い100~200°Cの温度とするのがよく、熱風を当てるとより効果的である。

【0045】また、本発明は、潤滑被膜を形成する際に、予め潤滑被膜を形成する部位にプラスティング加工を施し、該部位の表面粗さを R_{max} で $3 \sim 15 \mu m$ にするのが望ましい。プラスティング加工を施すことにより、表面に活性な新生面が現れ、潤滑被膜の密着性が強固になり耐焼き付き性が向上する。プラスティング加工は、公知のサンドblast法、ショットblast法やグリッドblast法などでよく、サンド、ショット、グリッドやカットワイヤーなどの硬質材を高速で吹き付ける方法により行うことができる。

【0046】

【実施例】表1に示す成分組成の炭素鋼製、13Cr鋼製および高合金製のねじ締手（外径：7インチ、肉厚：0.408インチ）のボックスやピンのねじ部と金属接触部の双方に各種の下地処理や潤滑被膜形成などの表面処理を施した。表2、3に表面処理条件を示す。なお、同表に示す従来例は樹脂被膜を形成した、あるいはコンパウンドグリスを塗布したものである。

【0047】

【表1】

No.	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	名称
A	0.24	0.30	1.30	0.02	0.01	0.04	0.07	0.17	0.04	炭素鋼
B	0.19	0.25	0.80	0.02	0.01	0.04	0.1	13.0	0.04	13Cr鋼
C	0.02	0.30	0.50	0.02	0.01	0.50	7.0	25.0	3.2	高合金鋼

(注) 1) 含有量は重量%である。

2) 残部はFeおよび不可避的不純物である。

【0048】

【表2】

区分	ピン		ボックス	
	下地処理 * 1	潤滑被膜 * 2	下地処理 * 1	潤滑被膜 * 2
本発明例 1	研削仕上げ (3 μm)	なし	研削仕上げ (3 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (1) 黒鉛 : (1) 被膜厚 40 μm
本発明例 2	研削仕上げ (2 μm)	なし	サンドブラスト (10 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (3) 黒鉛 : (2) 被膜厚 : 10 μm
本発明例 3	グリットアラスト (15 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (5) 黒鉛 : (1.5) 被膜厚 : 20 μm	研削仕上げ (2 μm)	なし
本発明例 4	サンドブラスト (3 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (3) 被膜厚 : 8 μm	サンドブラスト (3 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (3) 被膜厚 : 8 μm
本発明例 5	研削仕上げ (2 μm)	なし	研削仕上げ (2 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (2.5) 黒鉛 : (1.5) 被膜厚 : 30 μm
本発明例 6	サンドブラスト (5 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (0.35) 被膜厚 : 20 μm	サンドブラスト (5 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (0.35) 被膜厚 : 20 μm
本発明例 7	サンドブラスト (10 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (6.5) 黒鉛 : (3.5) 被膜厚 : 20 μm	研削仕上げ (2 μm)	なし
本発明例 8	サンドブラスト (4 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (5) 黒鉛 : (1.5) 被膜厚 : 6 μm	サンドブラスト (4 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (5) 黒鉛 : (1.5) 被膜厚 : 6 μm
本発明例 9	研削仕上げ (2 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (2) 黒鉛 : (1.5) 被膜厚 : 10 μm	研削仕上げ (2 μm)	Ti-0 : (1) MoS ₂ : (2) 黒鉛 : (1.5) 被膜厚 : 15 μm

(注) 1) Ti-0はTi-0を骨格とする無機高分子化合物を指す。
 2) * 1 : () 内の数値は研削仕上げまたはプラスティング処理後の表面粗さ (R_{max}) を表す。
 3) * 2 : () 内の数値は含有量でTi-0骨格の無機高分子を 1 としたときの相対値を表す。

【0049】

【表3】

区分	ピン		ボックス	
	下地処理 * 1	潤滑被膜 * 2	下地処理 * 1	潤滑被膜 * 2
従来例 1	サンドブラスト (10 μm)	珪藻 : (1) MoS ₂ : (1) 被膜厚 : 20 μm	サンドブラスト (10 μm)	珪藻 : (1) MoS ₂ : (1) 被膜厚 : 20 μm
従来例 2	研削仕上げ (2 μm)	なし	塗化 : 2 μm 焼成Mn : 15 μm	グリットアラスト : (1) WS2 : (1) 被膜厚 : 35 μm
従来例 3	サンドブラスト (10 μm) 焼成Mn : 15 μm	珪藻 : (1) MoS ₂ : (1) 被膜厚 : 30 μm	研削仕上げ (3 μm)	なし
従来例 4	研削仕上げ (2 μm)	コンパウンドグリス : 約20g/dm ²	研削仕上げ (2 μm)	Cu マキ : 10 μm コンパウンドグリス : 約20g/dm ²
従来例 5	研削仕上げ (2 μm)	コンパウンドグリス : 約20g/dm ²	サンドブラスト (10 μm)	焼成Mn : 15 μm コンパウンドグリス : 約20g/dm ²

(注) 1) * 1 : () 内の数値は研削仕上げまたはプラスティング処理後の表面粗さ (R_{max}) を表す。
 2) * 2 : () 内の数値は含有量で1が 1 あるいは 1 が 1 としたときの相対値を表す。

【0050】次いで、上記表面処理を施したねじ締手を用い、表4に示す要領で最大20回の締め付け・締め戻しの作業を行い、焼き付きの発生状況を調査した。

【0051】

【表4】

1～10回目	常温にて締め付け・締め戻し
11回目	常温で締め付け後400°Cで24時間加熱、その後常温まで冷却して締め戻し
12～15回目	常温にて締め付け・締め戻し
16回目	常温で締め付け後400°Cで24時間加熱、その後常温まで冷却して締め戻し
17～20回目	常温にて締め付け・締め戻し

【0052】すなわち、表4に示すように、1～10回目、12～15回目と17～20回目は常温にて締め付け・締め戻しを行い、一方、11回目と16回目は常温にて締め付け後400°Cで24時間の加熱処理を行い、その後冷却して常温で締め戻しを実施した。締め付け速度と締め付けトルクの条件を表5に示す。

【0053】

【表5】

締め付け速度	10 rpm
締め付けトルク	10340 ft·lbs

区分	ジーリング発生状況 (数値: 締め付け回数)												締め付け状況	
	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
本発明例1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	—	—	良好
本発明例2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	良好
本発明例3	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	良好
本発明例4	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	良好
本発明例5	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	良好
本発明例6	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	良好
本発明例7	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	良好
本発明例8	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	良好
本発明例9	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	良好
従来例1	○	○	○	○	○	△	×	—	—	—	—	—	—	12回目の締め付け量不足
従来例2	○	○	○	○	○	○	○	×	—	—	—	—	—	12回目の締め付け量不足
従来例3	○	○	○	○	○	×	—	—	—	—	—	—	—	12回目の締め付け量不足
従来例4	○	○	○	○	○	△	×	—	—	—	—	—	—	12回目の締め付け量不足
従来例5	○	△	△	△	△	×	—	—	—	—	—	—	—	12回目の締め付け量不足

(注) 1) ○: ゴーリング発生無し、△: 発生軽度 (手入れ可能)、×: 発生大 (手入れ不可)、—: 未実施

【0056】(本発明例1) 表1に示す炭素鋼製のねじ手に以下の表面処理を施した。ピン表面とボックス表面は機械研削仕上げで双方とも表面粗さを3μmとした。アルキル基がメチルのチタンアルコキシドと、平均粒径が1.5μmの二硫化モリブデンの粉末と平均粒径が3.5μmの黒鉛の粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン0.77、黒鉛0.77の重量割合で混合し、キシレン、塩化メチレンおよびブチルアルコールの混液を分散媒としてボックス表面に塗布した。次いで大気中で6時間放置した後、乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、含有量は重量の相対値でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物1とすると、二硫化モリブデンが1、黒鉛が1であり、被膜厚さは40μmであった。

【0057】表6に示すように、表3の16回目の締め付け・締め戻し作業までは焼き付きの発生が無く良好であった。しかし、17回目の締め付け時に焼き付きが発生した

(本発明例2) 表1に示す炭素鋼製のねじ手に以下の表面処理を施した。ピン表面は機械研削仕上げで表面粗さを2μmとした。ボックス表面は#80番のグリッドを吹き付け表面粗さを15μmとした。アルキル基がイソプロピルのチタンアルコキシド

【0054】表6に焼き付き発生状況ならびに締め付け状況を示す。なお、以下、ピンのねじ部と金属接触部の双方の表面をピン表面といい、ボックスのねじ部と金属接触部の双方の表面をボックス表面という。また、表面粗さはR_{max}値で示す。

【0055】

【表6】

吹き付け、表面粗さを10μmとした。アルキル基がエチルのチタンアルコキシドと、平均粒径が1.8μmの二硫化モリブデンの粉末と平均粒径が2.8μmの黒鉛の粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン2、黒鉛1.33の重量割合で混合し、キシレン、塩化メチレンおよびブチルアルコールの混液を分散媒としてボックス表面に塗布した。次いで、大気中で3時間放置後に165°Cの熱風を30分間吹き付けた。乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物1に対し二硫化モリブデン3、黒鉛2であり、被膜厚さは40μmであった。

【0058】表6に示すように、表3の20回の締め付け・締め戻しにおいて、焼き付きの発生が無く極めて良好であった。また、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクも適正であった。

【0059】(本発明例3) 表1に示す13Cr鋼製のねじ手に以下の表面処理を施した。ボックス表面は機械研削仕上げで表面粗さを2μmとした。ピン表面は#80番のグリッドを吹き付け表面粗さを15μmとした。アルキル基がイソプロピルのチタンアルコキシド

と、平均粒径が4.6 μmの二硫化モリブデンの粉末と平均粒径が1.3 μmの黒鉛の粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン2.77、黒鉛0.83の重量割合で混合し、メチルエチルケトン、塩化メチレンおよびブチルアルコールの混液を分散媒としてボックス表面に塗布した。次いで、大気中で3時間放置後に150°Cの熱風を10分間吹き付けた。乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物1に対し二硫化モリブデン5、黒鉛1.5であり、被膜厚さは20 μmであった。

【0060】表6に示すように、表3の19回目の締め付け・締め戻し作業までは焼き付きの発生が無く良好であった。しかし、20回目の締め付け時に軽度の焼付きが発生した。但し、手入れにより更に繰り返し使用可能であると判断された。なお、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクは適正であった。

【0061】(本発明例4)表1に示す高合金鋼製のねじ締手に以下の表面処理を施した。ピン表面とボックス表面は180番のサンドを吹き付け、双方とも表面粗さを3 μmとした。アルキル基がメチルのチタンアルコキシドと、平均粒径が1.2 μmの二硫化モリブデンの粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン2.31の重量割合で混合し、キシレン、塩化メチレンおよびブチルアルコールの混液を分散媒としてピン表面とボックス表面の双方に塗布した。次いで、大気中で3時間放置後に165°Cの熱風を30分間吹き付けた。乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、ピンおよびボックスのいずれも、含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物1に対し二硫化モリブデン3であり、被膜厚さは8 μmであった。

【0062】表6に示すように、表3の20回の締め付け・締め戻しにおいて、焼き付きの発生が無く極めて良好であった。また、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクも適正であった。

【0063】(本発明例5)表1に示す炭素鋼製のねじ締手に以下の表面処理を施した。ピン表面とボックス表面は機械研削仕上げで表面粗さを2 μmとした。アルキル基がイソブチルのチタンアルコキシドと、平均粒径が3.1 μmの二硫化モリブデンの粉末と平均粒径が3.5 μmの黒鉛の粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン1.39、黒鉛0.83の重量割合で混合し、キシレン、塩化メチレンおよびイソブチルアルコールの混液を分散媒としてボックス表面に塗布した。次いで大気中で6時間放置した後、乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物を1とすると、二硫化モリブデンが2.5、黒鉛が1.5であり、被膜厚さは30 μmであった。

【0064】表6に示すように、表3の19回目の締め付け・締め戻し作業までは焼き付きの発生が無く良好で

あった。しかし、20回目の締め付け時に焼付きが発生した。但し、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクは適正であった。

【0065】(本発明例6)表1に示す13Cr鋼製のねじ締手に以下の表面処理を施した。ピン表面とボックス表面に#120番のサンドを吹き付け、双方とも表面粗さを5 μmとした。アルキル基がエチルのチタンアルコキシドと、平均粒径が1.0 μmの二硫化モリブデンの粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン0.23の重量割合で混合し、キシレン、塩化メチレンおよびブチルアルコールの混液を分散媒としてピン表面とボックス表面の双方に塗布した。次いで、大気中で4時間放置後に150°Cの熱風を15分間吹き付けた。乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、ピンおよびボックスのいずれも、含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物1に対し二硫化モリブデン0.35であり、被膜厚さは20 μmであった。

【0066】表6に示すように、表3の19回目の締め付け・締め戻し作業までは焼き付きの発生が無く良好であった。しかし、20回目の締め付け後に軽度の焼付きが認められた。但し、手入れにより更に繰り返し使用可能であると判断された。なお、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクは適正であった。

【0067】(本発明例7)表1に示す炭素鋼製の締手に以下の表面処理を施した。ボックス表面は機械研削仕上げで表面粗さを2 μmとした。ピン表面に#80番のグリッドを吹き付け表面粗さを10 μmとした。アルキル基がイソプロピルのチタンアルコキシドと、平均粒径が1.8 μmの二硫化モリブデンの粉末と平均粒径が2.5 μmの黒鉛の粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン3.05、黒鉛1.94の重量割合で混合し、メチルエチルケトン、塩化メチレンおよびイソブチルアルコールの混液を分散媒としてピン表面に塗布した。次いで、大気中で2時間放置後に150°Cの熱風を15分間吹き付けた。乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物1に対し二硫化モリブデン5.5、黒鉛3.5であり、被膜厚さは20 μmであった。

【0068】表6に示すように、表3の20回の締め付け・締め戻しにおいて、焼き付きの発生が無く極めて良好であった。また、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクも適正であった。

【0069】(本発明例8)表1に示す13Cr鋼製の締手に下記の表面処理を施した。ピン表面とボックス表面に#120番のサンドを吹き付け、双方とも表面粗さを4 μmとした。アルキル基がプロピルのチタンアルコキシドと、平均粒径が1.2 μmの二硫化モリブデンの粉末と平均粒径が1.5 μmの黒鉛の粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン2.78、黒鉛0.83の重量割合で混合し、キシレン、塩化メチレンおよ

ビプチルアルコールの混液を分散媒としてピン表面とボックス表面の双方に塗布した。次いで、大気中で3時間放置後に140°Cの熱風を20分間吹き付けた。乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、ピンおよびボックスのいずれも、含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物1に対し二硫化モリブデン5.0、黒鉛1.5であり、被膜厚さは5μmであった。

【0070】表6に示すように、表3の20回の締め付け・締め戻しにおいて、焼き付きの発生が無く極めて良好であった。また、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクも適正であった。

【0071】(本発明例9)表1に示す高合金鋼製の継手に下記の表面処理を施した。ピン表面とボックス表面は機械研削仕上げで表面粗さを2μmとした。アルキル基がエチルのチタンアルコキシドと、平均粒径が1.2μmの二硫化モリブデンの粉末と平均粒径が1.5μmの黒鉛の粉末をチタンアルコキシド1に対し二硫化モリブデン1.33、黒鉛1.0の重量割合で混合し、キシレン、塩化メチレンおよびビプチルアルコールの混液を分散媒としてボックス表面に塗布した。次いで大気中で6時間放置した後、乾燥状態で被膜の組成を測定したところ、ピン側、ボックス側のいずれも含有量は重量割合でTi-Oを骨格とする無機高分子化合物を1とすると、二硫化モリブデンが2.0、黒鉛が1.5であり、被膜厚さはピン側が10μm、ボックス側が30μmであった。

【0072】表6に示すように、表3の20回の締め付け・締め戻しにおいて、焼き付きの発生が無く極めて良好であった。また、締め付け時の締め込み量ならびに締め込みトルクも適正であった。

【0073】(従来例1)表1に示す13Cr鋼製の継手に下記の表面処理を施した。ピン表面とボックス表面に#80番のサンドを吹き付け、双方とも表面粗さを10μmとした。エポキシ樹脂と平均粒径が1.8μmの二硫化モリブデン粉末をエポキシ樹脂1に対し二硫化モリブデン1の重量割合でトルエン、イソプロピルアルコール等の混液を分散媒として混合し、ピン表面とボックス表面の双方に塗布した。次いで、乾燥後180°Cで30分間の加熱処理を実施した。加熱処理後の被膜の組成を測定したところ、ピン及びボックスのいずれも、含有量は重量割合でエポキシ樹脂1に対し二硫化モリブデン1であり、被膜厚は20μmであった。

【0074】表6に示すように、12回目の締め付けで軽度の焼き付きが認められ、また、締め付け量が不足してショルダー部に所定の面圧を負荷することができなかった。そこで、所定位置まで締込むよう締付けトルクを高めたところ、13回目の締付けで焼き付きが発生した。

【0075】(従来例2)表1に示す炭素鋼製の継手に下記の表面処理を施した。ピン表面は機械研削仕上げで表面粗さを2μmとした。表面粗さ2μmに機械研削仕上げを施したボックス表面に厚さ10μmのCuメッキ処理を施した。次いで、ピン表面とボックス表面の双方にAPI-Bu15A2に相当するコンパウンドグリスを単位面積(1dm²)当たり約20gの割合で塗布した。

上げを施されたボックス表面に厚さ2μmの溶融塩塗化層を形成し、その上に厚さ15μmの磷酸マンガン層を形成した。次いで、ポリアミドイミド樹脂と平均粒径が3.5μmの二硫化タンゲステン粉末をポリアミドイミド樹脂1に対し二硫化モリブデン1の重量割合でキシレン、トルエンおよびイソプロピルアルコールの混液を分散剤として混合し、上記磷酸マンガン層の上面に塗布した。次いで、乾燥後180°Cで30分の加熱処理を実施した。加熱処理後の被膜の組成を測定したところ、含有量は重量割合でポリアミドイミド樹脂1に対して二硫化モリブデン1であり、被膜厚は35μmであった。

【0076】表6に示すように、12回目の締め付けで焼き付きは認められなかったが、締付け量が不足して、ショルダー部に所定の面圧がかからなかった。そこで、所定位置まで締込むよう締付けトルクを高めたところ、14回目の締め付けで焼き付きが発生した。

【0077】(従来例3)表1に示す13Cr鋼製の継手に下記の表面処理を施した。ボックス表面は機械研削仕上げで表面粗さを2μmとした。#80番のサンドを吹き付け表面粗さ10μmとしたピン表面に厚さ15μmの磷酸マンガン層を形成し、その上にエポキシ樹脂と平均粒径が1.8μmの二硫化モリブデン粉末をエポキシ樹脂1に対して二硫化モリブデン1の重量割合でトルエン、イソプロピルアルコール等の混液を分散媒として混合し塗布した。次いで、乾燥後180°Cで30分の加熱処理を実施した。加熱処理後の被膜の組成を測定したところ、含有量は重量割合でエポキシ樹脂1に対して二硫化モリブデン1であり、被膜厚は30μmであった。

【0078】表6に示すように、12回目の締め付けで焼き付きが認められ、しかも、締付け量が不足して、ショルダー部に所定の面圧を負荷することができなかった。

【0079】(従来例4)表1に示す13Cr鋼製の継手に下記の表面処理を施した。ピン表面は機械研削仕上げで表面粗さを2μmとした。表面粗さ2μmに機械研削仕上げを施したボックス表面に厚さ10μmのCuメッキ処理を施した。次いで、ピン表面とボックス表面の双方にAPI-Bu15A2に相当するコンパウンドグリスを単位面積(1dm²)当たり約20gの割合で塗布した。

【0080】表6に示すように、12回目の締め付けで軽度の焼き付きが認められ、また、締め付け量が不足してショルダー部に所定の面圧を負荷することができなかった。そこで、所定位置まで締込むよう締付けトルクを高めたところ、13回目の締付けで焼き付きが発生した。

【0081】(従来例5)表1に示す炭素鋼製の継手に下記の表面処理を施した。ピン表面は機械研削仕上げで表面粗さを2μmとした。#80番のサンドを吹き付け表面粗さを10μmとしたボックス表面に厚さ15μm

の燐酸マンガン処理を施した。次いで、ピン表面とボックス表面の双方に A P I - B u 1 5 A 2 に相当するコンパウンドグリスを単位面積 (1 d m²) 当たり約 20 g の割合で塗布した。

【0082】表6に示すように、8回目の締め付けから軽度の焼付きが発生したが手入れを実施して試験を継続した。しかし、11回目の締め戻し時に焼付きが認められ、12回目の締付けで焼付きが著しくなるとともに、締付け量が不足して、ショルダー部に所定の面圧を負荷することができなかつた以上のように、本発明の Ti-Oを骨格とする無機潤滑被膜は従来の燐酸マンガン被膜、Cuメッキ、樹脂をバインダーとした被膜に比べ、高温履歴時の耐焼付き性に優れることが判った。

【0083】

【発明の効果】本発明によるねじ締手は高深度、高温油井、あるいは蒸気注入油井等の 400°Cにも達する高温環境下の原油探掘における繰り返しの締め付け、緩め戻しの際の耐焼付き性を著しく向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

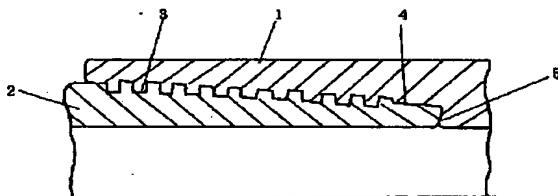
【図1】本発明の油井管用ねじ締手の構成を模式的に示す概要図である。

【図2】本発明に係る潤滑被膜の形成状況の一例を示す模式的断面図である。

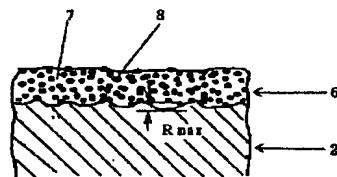
【符号の説明】

1 : ボックス、2 : ピン、3 : ねじ部、4 : ねじ無し金属接触部、5 : ショルダー部、6 : 潤滑被膜、7 : 無機高分子化合物、8 : 固体潤滑剤。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3H013 GA01

4K022 AA02 AA31 AA48 BA05 BA12
BA15 BA19 BA22 BA33 CA02
DA06 EA01